WO 2005/017508 PCT/EP2004/008339

Verfahren zur Charakterisierung von Oberflächenstrukturen und seine Verwendung bei der Modifizierung, Neuentwicklung und Herstellung von Werkstoffen

5 Die vorliegende Verfahren Erfindung betrifft ein neues zur Charakterisierung von Oberflächenstrukturen, insbesondere von Oberflächenschäden. Außerdem betrifft die vorliegende Erfindung die Verwendung des neuen Verfahrens bei der Modifizierung, Neuentwicklung und Herstellung von Werkstoffen.

10

Die Oberflächenstrukturen von Gegenständen sind von grundlegender Bedeutung für die technischen Eigenschaften, den Gebrauchswert und die Lebensdauer der Gegenstände Die genaue Kenntnis der Oberflächenstrukturen ist daher wesentlich für die Modifizierung,

15 Neuentwicklung und Herstellung von Werkstoffen.

Es ist außerdem eine alltägliche Erfahrung, dass die Oberfläche von Gegenständen jeglicher Art häufig durch mechanische und chemische Einwirkung oder die Einwirkung von energiereicher Strahlung geschädigt wird. Diese Oberflächenschäden können die Gegenstände sogar unbrauchbar machen, sodass der Anwender wirtschaftlich stark geschädigt werden kann.

Die Oberflächenschäden können je nach Einwirkung die Form von Verätzungen, Verbrennungen, Aufwerfungen, Aufrauungen, Kratzern, Riefen, Löchern, Schnitten, Rissen, Kratern und/oder großflächigen Abschälungen oder Abplatzungen haben. Die Oberflächenstörungen machen sich insbesondere bei glatten, glänzenden, geschliffenen, polierten, dekorativen, transparenten und/oder spiegelnden Oberflächen visuell besonders störend bemerkbar. Die Oberflächenschäden können aber auch schwerwiegende Folgeschäden, wie "Festfressen" von

beweglichen Teilen von Maschinen, Korrosion von Werkstoffen oder Kurzschlüsse in elektronischen Bauteilen hervorrufen.

Die Hersteller und Anwender von Gegenständen aus organischen, anorganischen und/oder metallorganischen Werkstoffen, insbesondere von Gegenständen aus Gläsern, Metallen, thermoplastischen und duroplastischen Kunststoffen, Keramiken, Mineralien, Leder, Textilien, Hölzern, Papieren und/oder Verbunden dieser Materialien, die glatte, glänzende, geschliffene, polierte, dekorative, transparente und/oder spiegelnde Oberflächen aufweisen, sind daher bestrebt, diese Probleme zu minimieren oder möglichst ganz zu vermeiden, indem sie die Werkstoffe modifizieren oder ganz neu entwickeln, sodass sie durch mechanische Einwirkung nur noch geringfügig und idealer Weise gar nicht mehr geschädigt werden.

15

Dazu bedarf es aber eines Verfahrens zur objektiven Charakterisierung von Oberflächenstrukturen, insbesondere von Oberflächenschäden, beispielsweise von durch die mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder die Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze hervorgerufenen Schadensbildern, mit dessen Hilfe der Erfolg von Maßnahmen zum Schutz von Oberflächen objektiv festgestellt werden kann, sodass die Modifizierung, die Neuentwicklung und/oder die Herstellung von Werkstoffen gezielt vorangetrieben werden können.

Häufig haben die Gegenstände einen hohen wirtschaftlichen Wert, sodass ein solches Verfahren zerstörungsfrei arbeiten muss. Auch kann es sich um sehr große Gegenstände handeln, die nicht oder nicht ohne weiteres einer Laboruntersuchung zugänglich sind; das Verfahren muss daher auch unter Praxisbedingungen, sozusagen "vor Ort", durchführbar sein.

Ein solches Verfahren steht aber trotz eines langanhaltenden Bedarfs von Herstellern und Anwendern noch nicht zur Verfügung.

Beispielsweise hat schon so gut wie jeder Besitzer eines Automobils die unangenehme Erfahrung gemacht, dass es bei der Wäsche seines Automobils in einer Autowaschstraße zu einer Verkratzung der Automobillackierung, d. h. der Bildung von Waschverkratzungen, kommt. Bei jeder Wäsche kommen neue Waschverkratzungen hinzu, sodass sich die optische Qualität der Automobillackierung im Laufe der Zeit stetig verschlechtert, was zu einem erheblichen Wertverlust des Automobils führt. Diese "echten" Waschkratzer können im Gegensatz zu den so genannten Pseudowaschkratzern, d. h. Kratzer in den durch die Waschstraßenreinigung erzeugten Rückständen, nicht mehr durch ein nachträgliches Polieren entfernt werden. Außerdem stechen sie insbesondere im Sonnenlicht gerade bei dunklen Lackierungen optisch hervor.

besteht daher langanhaltender Bedarf sowohl bei der ein **Automobilindustrie** bei deren Kunden nach als auch Automobillackierungen, die nach der Wäsche in Autowaschstraßen bei ihrer visuellen Beurteilung im Sonnenlicht oder im Kunstlicht keine oder nur eine sehr geringe Bildung von Waschverkratzungen zeigen, sodass auch nach zahlreichen Wäschen kein oder nur ein geringer Anstieg des eine Verkratzungsgrades damit keine oder nur geringe und Verschlechterung der optischen Eigenschaften der Automobillackierung visuell wahrgenommen wird.

Man versucht schon seit langem, dieses Problem durch die Entwicklung von Beschichtungsstoffen zu lösen, die kratzfeste Beschichtungen liefern. Dabei werden aus den Beschichtungsstoffen Beschichtungen hergestellt, deren Kratzfestigkeit mit Hilfe üblicher und bekannter Kratztests ermittelt

wird Beispiele solcher Kratztests sind der Rotahub-Kratztest, bei dem eine Beschichtung unter definiertem Andruck und Vorschub einer rotierenden Scheibe mit einem Kratzmedium belastet wird, der Amtec-Test nach DIN 55668 in einer Laborwaschanlage mit Sandbeaufschlagung oder der Sandtest, bei dem die Beschichtung durch den Aufprall von Sandkörnern in einer Rüttelanlage belastet wird. Leider korrelieren die Ergebnisse dieser Tests nicht oder nur sehr schlecht mit der visuellen Wahrnehmung von Waschverkratzungen auf fertigen Automobilen. Außerdem arbeiten diese Tests nicht zerstörungsfrei und können daher nicht bei einem fertigen Automobil eingesetzt werden Es sich daher praktisch nicht möglich, mit Hilfe dieser Tests gezielt Beschichtungsstoffe zu entwickeln, die Beschichtungen liefern, die bei ihrer visuellen Beurteilung im Sonnenlicht oder im Kunstlicht keine oder nur eine sehr geringe Bildung von Waschverkratzungen zeigen, sodass auch nach zahlreichen Wäschen kein oder nur ein geringer Anstieg des Verkratzungsgrades und damit auch keine oder nur eine geringe Verschlechterung der optischen Eigenschaften der Automobillackierung visuell wahrgenommen wird.

Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, ein neues 20 Verfahren zur objektiven Charakterisierung von Oberflächenstrukturen jeglicher Art - insbesondere von Oberflächenschäden, beispielsweise von durch die mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder die hervorgerufenen und/oder Hitze Strahlung Einwirkung von Schadensbildern - zu finden, das die Nachteile bekannter Testverfahren nicht mehr länger aufweist, sondern das die objektive Charakterisierung Oberflächenstrukturen ieglicher Art insbesondere Oberflächenschäden, beispielsweise von durch die mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder die Einwirkung von Strahlung und Hitze hervorgerufenen Schadensbildern, speziell in der Form von Verätzungen, Verbrennungen, Aufrauungen, Kratzern, Riefen, Löchern, Schnitten,

Rissen, Kratern, Aufwerfungen und/oder großflächigen Abschälungen und/oder Abplatzungen - an Gegenständen jeglicher Art aus organischen, anorganischen und/oder metallorganischen Werkstoffen insbesondere von Gegenständen aus Gläsern, Metallen, thermoplastischen und 5 duroplastischen Kunststoffen, Keramiken, Mineralien, Leder, Textilien, Hölzern, Papieren und/oder Verbunden dieser Materialien, speziell von Gegenständen, die glatte, glanzende, geschliffene, polierte, dekorative, transparente und/oder spiegelnde Oberflächen aufweisen ermöglicht, ohne dass dabei die Gegenstände weiter beschädigt oder gar völlig zerstört werden.

Das neue Verfahren soll nicht nur die objektive Charakterisierung von in der Praxis resultierenden Oberflächenschäden ermöglichen, sondern auch die durch Standardtests hervorgerufenen Oberflächenschäden, so dass eine objektive Korrelation zwischen den beiden Schadensarten hergestellt werden kann.

Das neue Verfahren soll daher nicht nur im Labor, sondern auch in der Praxis, sozusagen "vor Ort" durchgeführt werden können, sodass auch sehr große Gegenstände der Untersuchung zugänglich werden.

Das neue Verfahren soll es gestatten, den Erfolg von Maßnahmen zum Schutz von Oberflächen vor mechanischer und/oder chemischer Schädigung und/oder Schädigung durch Strahlung und/oder Hitze objektiv festzustellen, sodass die Modifizierung, die Neuentwicklung und/oder die Herstellung von Werkstoffen gezielt vorangetrieben werden können.

Dem gemäß wurde das neue Verfahren zur Charakterisierung von Oberflächenstrukturen gefunden, bei dem man

10

15

20

25

- (I) mit Hilfe eines chemisch härtbaren Abdruckmaterials von mindestens einer Stelle
  - (I.1) der unbeschädigten Oberfläche eines Gegenstandes,

- (I.2) einer durch mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze geschädigten Oberfläche eines Gegenstandes und/oder
- 10 (I.3) einer durch mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze geschädigten Oberfläche eines auf der Oberfläche eines Gegenstandes angebrachten Prüfkörpers
- 15 einen Abdruck nimmt,
  - (II) das Abdruckmaterial härtet und so ein Negativ vom Schadensbild erzeugt und
- 20 (III) den Flächenanteil (%) der Oberflächenstrukturen und/oder den Flächenanteil (%) der Oberflächenschäden im Schadensbild anhand von lichtmikroskopischen Aufnahmen des Negativs bildanalytisch bestimmt.
- 25 Im Folgenden wird das neue Verfahren zur Charakterisierung von Oberflächenstrukturen als »erfindungsgemäßes Verfahren« bezeichnet.

Außerdem wurde die neue Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens bei der Modifizierung, der Neuentwicklung und/oder der 30 Herstellung von Werkstoffen gefunden.

Im Folgenden wird die neue Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens als »erfindungsgemäße Verwendung« bezeichnet.

Im Hinblick auf den Stand der Technik war es überraschend und für den Fachmann nicht vorhersehbar, dass die Aufgabe, die der vorliegenden Erfindung zugrunde lag, mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens und der erfindungsgemäßen Verwendung gelöst werden konnte

Vor allem war es überraschend, dass das erfindungsgemäße Verfahren die Nachteile bekannter Testverfahren nicht mehr länger aufwies, sondern die objektive Charakterisierung von Oberflächenstrukturen jeglicher Art insbesondere von Oberflächenschäden, beispielsweise von durch die mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder die Einwirkung Strahlung und/oder Hitze hervorgerufenen Schadensbildern, speziell in der Form von Verätzungen, Verbrennungen, Aufwerfungen, Aufrauungen, Kratzern, Riefen, Löchern, Schnitten, Rissen, Kratern und/oder großflächigen Abschälungen und/oder Abplatzungen - an Gegenständen jeglicher Art aus organischen, anorganischen und/oder metallorganischen Werkstoffen - insbesondere von Gegenständen aus Gläsern, Metallen, 20 thermoplastischen und duroplastischen Kunststoffen. Mineralien, Leder, Textilien, Hölzern, Papieren und/oder Verbunden dieser Materialien. speziell von Gegenständen, die glatte, geschliffene, polierte, dekorative, transparente und/oder spiegelnde Oberflächen aufweisen - ermöglichte, ohne dass dabei die Gegenstände 25 weiter beschädigt oder gar völlig zerstört wurden.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglichte nicht nur die objektive Charakterisierung von in der Praxis resultierenden Oberflächenschäden, sondern auch die durch Standardtests hervorgerufenen

Oberflächenschäden, so dass eine objektive Korrelation zwischen den beiden Schadensarten hergestellt werden konnte.

Das erfindungsgemäße Verfahren konnte daher nicht nur im Labor, sondern auch in der Praxis, sozusagen "vor Ort" durchgeführt werden, sodass auch sehr große Gegenstände der Untersuchung zugänglich wurden.

Das erfindungsgemäße Verfahren gestattete es, den Erfolg von Maßnahmen zum Schutz von Oberflächen vor mechanische Schädigung objektiv festzustellen, sodass die Modifizierung, die Neuentwicklung und/oder die Herstellung von Werkstoffen gezielt vorangetrieben werden konnten.

- Das erfindungsgemäße Verfahren dient der Charakterisierung von Oberflächenstrukturen von Gegenständen jeglicher Art - insbesondere von Gegenständen aus organischen, anorganischen und/oder metallorganischen Werkstoffen, insbesondere aus Gläsern, Metallen, thermoplastischen und duroplastischen Kunststoffen. Keramiken. 20 Mineralien, Leder, Textilien, Hölzern, Papieren und/oder Verbunden dieser speziell von Gegenständen, die glatte, geschliffene, polierte, dekorative, transparente und/oder spiegelnde Oberflächen aufweisen.
- 25 Insbesondere dient das erfindungsgemäße Verfahren der Charakterisierung von Oberflächenschäden in der Oberfläche dieser Gegenstände

Beispiele von Gegenständen, die Untersuchungsobjekte für das 30 erfindungsgemäße Verfahren sein können, sind

- optische Bauteile, wie Spiegel, Linsen, Prismen, Brillengläser,
   Fensterscheiben oder Windschutzscheiben,
- mechanische Bauteile, wie Gewinde, Schrauben, Muttern, Kolben,
   Wellen, Zahnräder oder Getriebe,
  - elektronische Bauteile, wie Leiterplatten, Speicherchips, Spulen oder Sonnenkollektoren,
- Schmuckstücke, beispielsweise aus Edelmetallen und/oder Mineralien, wie Edelsteinen und Halbedelsteinen,
  - Kunststofffolien- und –formteile sowie
- mit schützenden und/oder dekorativen Beschichtungen, inklusive 15 beschichtete Gegenstände, wie Lackierungen und Folien. Wasserfahrzeuge, inklusive Fortbewegungsmittel, Fluggeräte, Fahrräder. Motorräder. Schienenfahrzeuge, Personenkraftwagen, Lastkraftwagen und Omnibusse, oder Teile 20 hiervon. Bauwerke. Möbel, Fenster, Türen, industrielle Kleinteile, Coils, Container, Emballagen, weiße Ware, Folien, optische Bauteile, elektrotechnische Bauteile, mechanische Bauteile oder Glashohlkörper und sonstige Gegenstände des täglichen Bedarfs.
- Die zu untersuchenden Gegenstände können auch Prüfkörper sein, die aus den vorstehend beschriebenen Werkstoffen bestehen und an Stelle von entsprechend aufgebauten größeren Gegenständen untersucht werden, um Rückschlüsse auf deren Eigenschaften zu ziehen. Die Prüfkörper können daher die unterschiedlichsten Formen aufweisen, die von den zu untersuchenden größeren Gegenständen abhängig sind.

  Vorzugsweise sind die Prüfkörper Prüftafeln Beispielsweise kann an
- 30 Vorzugsweise sind die Prüfkörper Prüftafeln Beispielsweise kann an Stelle einer lackierten Automobilkarosserie ein entsprechend lackierter

Prüfkörper, insbesondere eine entsprechend lackierte Prüftafel, dem erfindungsgemäßen Verfahren unterzogen werden.

Die Prüfkörper können aber auch auf den größeren Gegenständen selbst angebracht werden, damit das erfindungsgemäße Verfahren Ergebnisse liefert, die noch praxisgerechter sind, als die Untersuchungen an den Prüfkörpern alleine. Beispielsweise können für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens entsprechend lackierte Prüfkörper, insbesondere entsprechend lackierte Prüftafeln, an unterschiedlichen 10 Stellen einer lackierten Automobilkarosserie angebracht werden, sodass ortsabhängige Effekte und Einflüsse untersucht werden können, wie beispielsweise die örtlich unterschiedliche Belastung von lackierten Autowaschstraßen, Automobilkarosserien in insbesondere Bürstenwaschstraßen.

15

25

Die Oberflächenschäden können die unterschiedlichsten Ursachen haben.

Sie können durch mechanische Einwirkung, beispielsweise durch, Kratzen, Schneiden, Schleifen, Reiben, Schälen, Beschießen und Besprühen sowie Kombinationen dieser Einwirkungen, hervorgerufen 20 werden. Die Einwirkung kann durch massive oder feinteilige Gegenstände unterschiedlichster Form und Härte, beispielsweise durch Werkzeuge, inklusive Hämmer, Schraubenzieher, Bohrer oder Messer, durch Schlüssel, Geschosse, Reinigungsgeräte, inklusive Bürsten und Lappen, inklusive Autowaschstraßen, insbesondere Reinigungsanlagen, Bürstenwaschstraßen, Schleifgeräte, Schleifstoffe, Sande, Geröllmassen, Stahlwolle oder Mineralwolle, erfolgen.

Die Oberflächenschäden können auch durch chemische, inklusive elektrochemische, Einwirkung, beispielsweise durch Wasser, Säuren, 30 Basen, Salze, Reduktionsmittel, Oxdidationsmittel, organische Lösemittel und andere Chemikalien sowie Plasmen und Feuer und durch Kombinationen dieser Einwirkungen hervorgerufen werden.

Des Weiteren können die Oberflächenschäden auch durch Strahlung, beispielsweise durch elektromagnetische Strahlung, wie Infrarot, nahes Infrarot (NIR), sichtbares Licht, UV-Strahlung, Röntgenstrahlung oder Gammastrahlung, und Korpuskularstrahlung, wie Elektronenstrahlung, Alphastrahlung, Betastrahlung, Protonenstrahlung oder Neutronenstrahlung, hervorgerufen werden.

10

Nicht zuletzt können die Oberflächenschäden auch durch Hitze, die durch heiße Medien und/oder durch IR-Strahlung übertragen werden kann, hervorgerufen werden.

- 15 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird mit Hilfe eines chemisch härtbaren Abdruckmaterials von mindestens einer Stelle
  - der unbeschädigten Oberfläche eines Gegenstandes,
- 20 einer durch mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze geschädigten Oberfläche eines Gegenstandes und/oder
- einer durch mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder
   Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze geschädigten Oberfläche eines auf der Oberfläche eines Gegenstandes angebrachten Prüfkörpers

ein Abdruck genommen. Das Abdruckmaterial wird gehärtet und so ein Negativ vom Schadensbild der Lackverkratzungen erzeugt.

Vorzugsweise werden vor diesem Verfahrenschritt Verunreinigungen zumindest in dem oder den zu untersuchenden Bereichen der Oberflächen schonend entfernt, damit sie nicht die Untersuchungen verfälschen.

5

10

15

20

Das im erfindungsgemäßen Verfahren verwendete chemisch härtbare Abdruckmaterial darf die zu untersuchenden Oberflächen nicht angreifen und/oder sichtbare Markierungen hinterlassen. Vorzugsweise wird eine olefinisch ungesättigte Doppelbindungen, insbesondere Acrylatgruppen, enthaltende Masse, insbesondere eine Masse auf der Basis von Silicon, verwendet. Solche Abdruckmaterialien werden im Dentalbereich häufig verwendet, weil sie in kleinste Vertiefungen eindringen und daher kleinste Details wiedergegeben können. Sie werden beispielsweise von der Firma Heraeus unter den Marken Provil Novo ® und Provil Novamedium ® vertrieben.

Vorzugsweise presst man das chemisch härtbare Abdruckmaterial in der Form einer vorzugsweise kreisrunden Scheibe vorzugsweise eines Durchmessers von 3 bis 4 cm mit Hilfe eines vorzugsweise kreisrunden Metallstempels, insbesondere eines Aluminiumstempels, auf die zu untersuchende Oberfläche auf. Die Andruckfläche des Metallstempels hat vorzugsweise einen vergleichbaren oder denselben Durchmesser wie die Scheibe aus Abdruckmaterial. Vorzugsweise haftet der Metallstempel von selbst auf der Scheibe aus Abdruckmaterial. Man lässt das Abdruckmaterial unter dem Metallstempel aushärten, entfernt danach den Metallstempel von der Scheibe aus dem gehärteten Abdruckmaterial und nimmt die gehärtete Scheibe des Abdruckmaterials (Negativ) von der zu untersuchenden Oberfläche ab

30 Aus dem Negativ kann ein Positiv erzeugt werden, indem man das Negativ mit einem flüssigen Kunststoffmaterial in Berührung bringt und das flüssige Kunststoffmaterial in Kontakt mit dem Negativ verfestigt, wonach man das resultierende Positiv vom Negativ entfernt.

Vorzugsweise wird dabei das Negativ mit dem Bild der 5 Oberflächenstrukturen oder dem Schadensbild nach oben auf den Boden eines geeignet dimensionierten Gefäßes gelegt und mit dem flüssigen Kunststoffmaterial überschichtet.

Als flüssige Kunststoffmaterialien können übliche und bekannte, physikalisch und/oder chemisch härtbare Beschichtungsstoffe verwendet werden, die durch physikalische und/oder chemische Härtung verfestigt werden.

Vorzugsweise wird eine Lösung mindestens eines, insbesondere eines, Polymeren, bevorzugt eines thermoplastischen Polymeren, insbesondere Polystyrol, in einem, insbesondere einem, organischen Lösemittel, bevorzugt einem aromatischen Lösemittel, insbesondere Xylol, verwendet. Dabei wird das flüssige Kunststoffmaterial verfestigt, indem man das organische Lösemittel verdampft.

20

Die resultierenden Positive sind hervorragend für Untersuchungen mit AFM (atomic force microscopy) und REM (Rasterelektronenmikroskopie) geeignet. Diese Untersuchungen können eine wertvolle Ergänzung des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellen.

25

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren können die Negative und die Positive, insbesondere die Negative, direkt für die lichtmikroskopischen Aufnahmen eingesetzt werden. Vorzugsweise werden sie aber zuvor mit einem Edelmetall, vorzugsweise mit Gold oder Gold/Palladium, insbesondere Gold, besputtert.

Für die lichtmikroskopischen Aufnahmen wird vorzugsweise eine hochauflösende Digitalkamera verwendet. Ein Beispiel für eine solche Digitalkamera ist »ColorView12« der Firma SIS (Soft Imaging System).

5 Die Digitalkamera wird an ein Lichtmikroskop adaptiert. Ein Beispiel für ein geeignetes Lichtmikroskop ist das Olympus-Mikroskop BH 3-MJL

Vorzugsweise wird eine Objektivvergrößerung von 5:1 bis 100:1, bevorzugt 5:1 bis 50:1 und insbesondere 10:1 bis 20:1 verwendet

Vorzugsweise werden Aufnahmen von mindestens zwei, bevorzugt mindestens fünf, besonders bevorzugt mindestens acht und insbesondere zehn Messfeldern gemacht.

Vorzugsweise hat ein Messfeld eine Fläche von 200 x 100 μm² bis 1.500 x 1.000 μm², insbesondere von 300 x 200 μm² bis 1.200 x 950 μm².

Zur Bildaufnahme, Bildanalyse und Bildarchivierung wird vorzugsweise ein Bildverarbeitungsprogramm, beispielsweise das Bildverarbeitungsprogramm Analysis ®, insbesondere Analysis ®-Pro-Version, der Firma SIS verwendet.

Vorzugsweise werden bei der Bildaufnahme Farbaufnahmen, insbesondere 12 Bit-Farbaufnahmen, gemacht

Die Bildanalyse umfasst vorzugsweise die folgenden Verfahrensschritte:

- (1) Herstellung des Originalbildes und Shading-Korrektur,
- 30 (2) Herstellung eines Grünauszugs, insbesondere eines 8 Bit-Grünauszugs,

- (3) Schwellwertsetzung, Herstellung eines Binärbildes und Bildfilterung,
- 5 (4) Partikeltrennung sowie gegebenenfalls Erodieren und Dilatieren,
  - (5) Detektion, d. h. die Unterscheidung von Oberflächenstrukturen oder Oberflächenschäden, wie beispielsweise Kratzer, von sonstigen Oberflächenstörungen, und Klassifizierung,

- (6) Übertragung in eine Excel-Tabelle,
- (8) Herstellung einer Statistik aus 5 bis 20, insbesondere 10, Messfeldern und

15

(9) Auswertung

Vorzugsweise werden zur Detektion (5) der Oberflächenstrukturen oder Oberflächenschäden, beispielsweise von Kratzern, im Binärbild (3) die folgenden Formparameter definiert:

 (a) Fläche eines Partikels (Oberflächenstruktur oder Oberflächenschaden, beispielsweise Kratzer) = (Anzahl der Pixel) x (Kalibrierungsfaktoren in X- und Y-Richtung),

25

- (b) Aspektratio = max. Höhen-Breiten-Verhältnisses eines einhüllenden Rechtecks des Partikels, und
- (c) Formfaktor =  $4\pi$  a/U<sup>2</sup>, worin a = Fläche und U = Umfang.

30

Dem gemäß ist für runde Partikel der Formfaktor = 1; für alle anderen Partikel ist er < 1 Anhand der Formparameter können Objekte oder Partikel, die keine Oberflächenstrukturen oder keine Oberflächenschäden, beispielsweise keine Kratzer, sind, von der weiteren Auswertung ausgeschlossen werden.

Anschließend können die als gültig erkannten Partikel klassifiziert werden, d. h., in entsprechende Größenklassen eingeteilt und in ihrer jeweiligen Häufigkeit festgestellt werden. Vorzugsweise werden die Partikel nach ihrer Fläche oder nach ihrer Breite, insbesondere nach ihrer Breite, klassifiziert.

Vorzugsweise erfolgt die Klassifizierung der Partikel nach der Fläche in mindestens 10, insbesondere 20, Flächen-Klassen, z. B. im Falle von Kratzern in Flächen-Klassen von 1 bis 200 µm².

Vorzugsweise erfolgt die Klassifizierung der Partikel nach der Breite in mindestens 5, vorzugsweise 8 und insbesondere 10 Feret-min-Breiten-Klassen, beispielsweise im Falle von Kratzern in Feret-min-Breiten-Klassen bis 20 µm, wobei Feret-min definiert ist als der minimale Abstand paralleler Tangenten an gegenüberliegenden Partikelrändern.

An Stelle der Klassifizierung in Feret-min-Breiten-Klassen kann auch nach der mittleren Breite der Partikel klassifiziert werden, wobei die mittlere Breite als Quotient von Fläche und Feret-max (= Länge der Partikel) definiert ist.

Bei der Klassifizierung nach der Fläche bestimmt man den Oberflächenstrukturen- oder Oberflächenschaden-Flächenanteil (%), beispielsweise den Kratzer-Flächenanteil (%), jeder Flächen-Klasse sowie Gesamt-Oberflächenstrukturen- oder Gesamt-Oberflächenschaden-

Flächenanteil (%), beispielsweise den Gesamt-Kratzer-Flächenanteil (%), aller Flächen Klassen

Bei der Klassifizierung nach der Breite bestimmt man den Oberflächenstrukturen- oder Oberflächenschaden-Flächenanteil (%), beispielsweise den Kratzer-Flächenanteil (%), jeder Breiten-Klasse sowie den Gesamt-Oberflächenstrukturen oder Gesamt-Oberflächenschaden-Flächenanteil (%), beispielsweise den Gesamt-Kratzer-Flächenanteil (%), aller Breiten-Klassen.

10

25

30

Die Ergebnisse der in erfindungsgemäßer Verfahrensweise durchgeführten bildanalytischen Untersuchungen können dann mit den anwendungstechnischen Eigenschaften der untersuchten Oberflächen korreliert werden. Aus den Korrelationen können sehr gut wichtige Rückschlüsse für die zielgerichtete Modifizierung, Neuentwicklung und/oder Herstellung der Werkstoffe, aus denen die betreffenden Oberflächen bzw. Gegenstände aufgebaut sind, gezogen werden.

Bei einer besonders vorteilhaften erfindungsgemäßen Verwendung wird z. B die durch mehrfaches Waschen in einer Bürstenwaschstraße verkratzte Beschichtung einer Automobilkarosserie bei Sonnenlicht visuell beurteilt und benotet, vorzugsweise mit Noten von 1 (keine oder nur sehr wenige sichtbare Kratzer, sehr wenig zerkratzt) bis 6 (sehr viele sichtbare Kratzer, sehr stark zerkratzt), und es wird die jeweilige Benotung mit dem mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens ermittelten Gesamt-Kratzer-Flächenanteil (%) sowie dem Kratzer-Flächenanteil (%) jeder Feret-min-Breiten-Klasse korreliert.

Überraschenderweise kann aus der Korrelation der Benotung der visuellen Wahrnehmung und dem Kratzer-Flächenanteil (%) jeder Feretmin-Breiten-Klasse der Schluss gezogen werden, dass im wesentlichen

die Kratzer mit einer Breite von 2 bis 10 µm, insbesondere 4 bis 10 µm, und nicht die seltener auftretenden breiteren Kratzer und die häufiger auftretenden feineren Kratzer für die visuell Wahrnehmung der Verkratzung ausschlaggebend sind

5

erfindungsgemäße Verfahren beispielsweise Somit kann das die Auswahl von Entwicklung und für die hervorragend Herstellung Beschichtungen, die von Beschichtungsstoffen für insbesondere von farb- und/oder effektgebenden Mehrschichtlackierungen vom Typ Basislackierung/Klarlackierung, die auch nach mehrfachem Waschen der betreffenden Automobile in einer Autowaschstraße, insbesondere einer Bürstenwaschstraße, bei ihrer visuellen Beurteilung im Sonnenlicht keinen oder nur einen sehr geringen Anstieg der Lackverkratzungen zeigen, verwendet werden.

15

## Beispiel

## Charakterisierung von in einer Bürstenwaschstraße erzeugten Verkratzungen in Klarlackierungen

Für das Beispiel wurde eine Serie 1 von Prüftafeln verwendet, die mit einer Klarlackierung beschichtet waren, die aus einem handelsüblichen Zweikomponenten-Klarlack hergestellt worden war. Außerdem wurde eine Serie 2 von Prüftafeln verwendet, die mit einer Klarlackierung beschichtet waren, die aus einem handelsüblichen, mit UV-Strahlung härtbaren Klarlack hergestellt worden war.

Paare von Prüftafeln (eine Prüftafeln aus Serie 1 und eine aus Serie 2)
wurden an unterschiedlichen Positionen auf einem PKW fixiert und bis zu
18 Wäschen in einer Bürstenwaschstraße unterzogen. Anschließend

wurden die vorhandenen Rückstände der Waschstraßenreinigung mit mit Isopropanol getränktem, fusselfreiem Papier entfernt.

Der Grad der Verkratzung der Prüftafeln wurde von sechs Beobachtern visuell im Sonnenlicht beurteilt und benotet (Note 1: keine oder nur sehr wenige sichtbare Kratzer, sehr wenig zerkratzt; bis Note 6: sehr viele sichtbare Kratzer, sehr stark zerkratzt) Aus den sechs Noten wurde ein Mittelwert gebildet.

10 Anschließend presste man ein chemisch härtbares Abdruckmaterial (Acrylatgruppen enthaltende Masse auf der Basis von Silicon, Provil Novo ® der Firma Heraeus) in der Form kreisrunder Scheiben eines Durchmessers von 3,5 cm mit Hilfe eines kreisrunden Aluminiumstempels auf die Prüftafeln auf. Die Andruckfläche des Aluminiumstempels hatte denselben Durchmesser wie die Scheiben aus Abdruckmaterial. Der selbst auf den Scheiben aus Aluminiumstempel haftete von unter dem das Abdruckmaterial ließ Abdruckmaterial. Man Aluminiumstempel aushärten, entfernte danach den Aluminiumstempel von den Scheiben aus dem gehärteten Abdruckmaterial und nahm die gehärteten Scheiben des Abdruckmaterials (Negative) von den Prüftafeln ab.

Die Negative wurden für die lichtmikroskopischen Aufnahmen mit Gold, besputtert

Für die lichtmikroskopischen Aufnahmen wurde die hochauflösende Digitalkamera »ColorView12« der Firma SIS (Soft Imaging System) verwendet. Die Digitalkamera wurde an das Olympus-Mikroskop BH 3-MJL adaptiert. Es wurde eine Objektivvergrößerung von 10:1 verwendet.

Von jedem Positiv wurden Aufnahmen von zehn Messfeldern gemacht. Jedes Messfeld hatte eine Fläche von 1.149 x 919 μm². Zur

Bildaufnahme, Bildanalyse und Bildarchivierung wurde Bildverarbeitungsprogramm Analysis ®-Pro-Version der Firma SIS verwendet. Im im Bei der Bildaufnahme wurden 12 Bit Farbaufnahmen, gemacht.

5

Die Bildanalyse umfasste die folgenden Verfahrensschritte:

- (1) Herstellung des Originalbildes und Shading-Korrektur,
- 10 (2) Herstellung eines Grünauszugs, insbesondere eines 8 Bit-Grünauszugs,
  - (3) Schwellwertsetzung auf 210, Herstellung eines Binärbildes und Bildfilterung,

15

- (4) Partikeltrennung sowie Erodieren und Dilatieren,
- (5) Detektion, d. h. die Unterscheidung von Kratzern von sonstigen
   Oberflächenstörungen, und Klassifizierung in jeweils 10 Feret-min Breiten-Klassen:

Klasse 1: 0 bis 2 µm

Klasse 2: 2 bis 4 µm

Klasse 3: 3 bis 6 µm

25 Klasse 4: 6 bis 8 μm

Klasse 5: 8 bis 10 µm

Klasse 6: 10 bis 12 µm

Klasse 7: 12 bis 14 µm

Klasse 8: 14 bis 16 µm

30 Klasse 9: 16 bis 18 μm

Klasse 10: 18 bis 20 µm

15

20

- (6) Übertragung in eine Excel-Tabelle,
- (8) Herstellung einer Statistik aus jeweils 10 Messfeldern und

(9) Auswertung zur Bestimmung des Kratzer-Flächenanteils (%) jeder Breiten-Klasse sowie des Gesamt-Kratzer-Flächenanteils (%) aller Breiten-Klassen.

- 10 Zur Detektion (5) der Kratzer im Binärbild (3) wurden die folgenden Formparameter definiert werden:
  - (a) Fläche eines Partikels (Kratzer) = (Anzahl der Pixel) x (Kalibrierungsfaktoren in X- und Y-Richtung),
  - (b) Aspektratio = max. Höhen-Breiten-Verhältnisses eines einhüllenden Rechtecks des Partikels, und
  - (c) Formfaktor =  $4\pi \text{ a/U}^2$ , worin a = Fläche und U = Umfang.

Dem gemäß war für runde Partikel der Formfaktor = 1; für alle anderen Partikel war er < 1. Anhand der Formparameter konnten Objekte oder Partikel, die keine Kratzer waren, von der weiteren Auswertung ausgeschlossen werden.

Die Tabelle 1 gibt eine Übersicht über die eingesetzten Prüftafeln, ihre Positionen auf der Automobilkarosserie, die Anzahl der Wäschen, die Benotung der visuellen Wahrnehmung und der Gesamt-Kratzer-Flächenanteil.

25

Tabelle 1: Eingesetzte Prüftafeln, ihre Positionen auf der Automobilkarosserie, Anzahl der Wäschen, Benotung der visuellen Wahrnehmung und Gesamt-Kratzer-Flächenanteil

5							
	Prüftafeln	Klarlak- kierung	Anzahl der	Position	Note	Gesamt-Kratzer- Flächenanteil (%)	
	Nr.	·	Wäschen				
10		, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	And the latest the lat				
	1	2K	1	HLO	2,6	0,56	
	2	UV	1	HLO	1,3	0,1	
	3	2K	3	HRO	1,9	0,12	
15	4	UV	3	HRO	1,2	0,05	
	5	2K	5	VL	2,8	0,22	
	6	UV	5	VI	2,2	0,1	
20	7	2K	8	VR	3,3	0,88	
	8	UV	8	VR	1,0	0,13	
	9	2K	12	HRU	2,0	0,16	
	10	UV	12	HRU	1,4	0,16	
25				<b>**</b> **	F 4	5.44	
	11	2K	15	FS	5,4	3,44	
	12	UV	15	FS	4,1	1,12	
	13	2K	18	HLU	3,6	1,01	
30	14	UV	18	HLU	1,4	0,25	

15	2K	18	HS	5,5	5,89
16	UV	18	HS	4,9	4,22

- 5 2K aus Zweikomponenten-Klarlack hergestellte Klarlackierung;
  - UV aus mit UV-Strahlung härtbarem Klarlack hergestellte Klarlackierung;
- 10 HLO Tür hinten links oben;
  - HRO Tür hinten rechts oben;
  - VL Tür vorne links;

VR Tür vorne rechts;

HRU Tür hinten rechts unten;

- 20 FILU Tür hinten links unten;
  - FS Frontscheibe;
  - HS Heckscheibe

25

Die Ergebnisse liessen sich wie folgt zusammenfassen:

 Die aus dem UV-Klarlack hergestellten Klarlackierungen sind kratzfester als die aus dem Zweikomponenten-Klarlack hergestellten Klarlackierungen; das Verfahren gestatten daher eine sehr gute Differenzierung zwischen Klarlackierungen, die aus unterschiedlichen Klarlacken hergestellt worden waren;

- bereits nach wenigen Wäschen waren deutliche Verkratzungen
   erkennbar; es waren daher nicht viele Wäschen notwendig, um
   eine sehr gute Differenzierung zu erzielen;
- zwischen den Positionen, an denen die Prüftafeln angebracht waren, bestanden hinsichtlich der Belastung durch die Waschbürsten erhebliche Unterschiede, so dass auch in räumlicher Hinsicht differenziert werden konnte;
- der Korrelationskoeffizient R<sup>2</sup> zwischen Gesamt-Kratzer-Flächenanteil und Note betrug ohne den besten und den schlechtesten Wert 0,8563, was die sehr gute Korrelation untermauerte.

Außerdem wurde der Korrelationskoeffizient R<sup>2</sup> für jede Feret-min-Breiten-Klasse in Abhängigkeit von der Note ermittelt und in der Tabelle 2 20 zusammengestellt.

Tabelle 2: Korrelationskoeffizient R² für jede Feret-min-Breiten-Klasse in Abhängigkeit von der Note

5	Klasse Nr.	Korrelationskoeffizient R <sup>2</sup>
10	1	0,5691
	2	0,6526
	3	0,7689
15	4	0,7613
	5	0,7629
20	6	0,6809
	7	0,6778
	8	0,4898
25	9	0,2974
	10	0,3176

Die Werte der Tabelle 2 untermauerten, dass die visuelle Wahrnehmung 30 des Verkratzungsgrades in der Hauptsache von den Kratzern einer Breite von 4 bis 10 µm geprägt wurde.

10

15

20

25

30

## Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Charakterisierung von Oberflächenstrukturen, bei dem man
  - (I) mit Hilfe eines chemisch härtbaren Abdruckmaterials von mindestens einer Stelle
    - (I.1) der unbeschädigten Oberfläche eines Gegenstandes,
    - (I.2) einer durch mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze geschädigten Oberfläche eines Gegenstandes und/oder
    - (I.3) einer durch mechanische und/oder chemische Einwirkung und/oder Einwirkung von Strahlung und/oder Hitze geschädigten Oberfläche eines auf der Oberfläche eines Gegenstandes angebrachten Prüfkörpers

einen Abdruck nimmt,

- (II) das Abdruckmaterial h

  ärtet und so ein Negativ vom Schadensbild erzeugt und
  - (III) den Flächenanteil (%) der Oberflächenstrukturen und/oder den Flächenanteil (%) der Oberflächenschäden im Schadensbild anhand von lichtmikroskopischen Aufnahmen des Negativs bildanalytisch bestimmt.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man vom Negativ ein Positiv erzeugt.
- Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man den Flächenanteil (%) der Oberflächenstrukturen und/oder den Flächenanteil (%) der Oberflächenschäden im Schadensbild anhand von lichtmikroskopischen Aufnahmen des Positivs bildanalytisch bestimmt.
- Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Oberflächenstrukturen oder das Schadensbild anhand des Positivs durch AFM (atomic force microscopy) und REM (Rasterelektronenmikroskopie) ergänzend charakterisiert.
- 15 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man als chemisch härtbares Abdruckmaterial eine olefinisch ungesättigte Doppelbindungen enthaltende Masse verwendet.
- 20 6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Masse auf Basis von Silicon verwendet...
- 7 Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das chemisch härtbare Abdruckmaterial in der Form einer Scheibe mit Hilfe eines Metallstempels auf die Oberfläche des Gegenstandes oder des Prüfkörpers aufpresst, unter dem Metallstempel aushärten lässt, den Metallstempel von der gehärteten Scheibe des Abdruckmaterials entfernt und die gehärtete Scheibe des Abdruckmaterials (Negativ) von der Automobilkarosserie oder der Prüftafel abnimmt.

15

30

- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man aus dem Negativ ein Positiv erzeugt, indem man das Negativ mit einem flüssigen Kunststoffmaterial in Berührung bringt, wonach man das flüssige Kunststoffmaterial in Kontakt mit dem Negativ verfestigt und das resultierende Positiv vom Negativ entfernt.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man das Negativ und das Positiv für die lichtmikroskopischen Aufnahmen mit einem Edelmetall besputtert.
  - 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass man für die lichtmikroskopischen Aufnahmen eine hochauflösende Digitalkamera an ein Lichtmikroskop adaptiert.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Objektivvergrößerung von 5:1 bis 100:1 verwendet.

- 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass man Aufnahmen von mindestens zwei Messfeldern macht.
- 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Messfeld bei 200 x 100 μm² bis 1.500 x
   25 1.000 μm² liegt.
  - 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man zur Bildaufnahme, Bildanalyse und Bildarchivierung ein Bildverarbeitungsprogramm verwendet.

- 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass man bei der Bildaufnahme Farbaufnahmen macht.
- 5 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 und 5 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Bildanalyse die folgenden Verfahrenschritt umfasst:
  - (1) Herstellung des Originalbildes und Shading-Korrektur,

- (2) Herstellung eines Grünauszugs,
- (3) Schwellwertsetzung, Herstellung eines Binärbildes und Bildfilterung,

15

- (4) Partikeltrennung sowie gegebenenfalls Erodieren und Dilatieren,
- (5) Detektion und Klassifizierung,

20

30

- (6) Übertragung in eine Excel-Tabelle,
- (8) Herstellung einer Statistik aus 5 bis 20 Messfeldern und
- 25 (9) Auswertung.
  - 17 Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass zur Detektion (5) der Oberflächenstrukturen oder Oberflächenschäden im Binärbild (3) die folgenden Formparameter definiert werden:

- (a) Fläche eines Partikels (Oberflächenstruktur oder Oberflächenschaden) = (Anzahl der Pixel) x (Kalibrierungsfaktoren in X- und Y-Richtung),
- 5 (b) Aspektratio = max Höhen-Breiten-Verhältnisses eines einhüllenden Rechtecks des Partikels, und
  - (c) Formfaktor =  $4\pi \text{ a/U}^2$ , worin a = Fläche und U = Umfang.
- 10 18 Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, dass man die Oberflächenstrukturen oder Oberflächenschäden nach ihrer Fläche oder nach ihrer Breite klassifiziert.
- 19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Klassifizierung nach der Fläche in mindestens 10 Flächen-Klassen und nach der Breite in mindestens 5 Feret-min-Breiten-Klassen, wobei Feret-min definiert ist als der minimale Abstand paralleler Tangenten an gegenüberliegenden Partikelrändern, oder in mindestens 5 Klassen der mittleren Breite, wobei die mittlere Breite definiert ist als der Quotient von Fläche und Feret-max (= Länge des Partikels), erfolgt.
- Verfahren nach Anspruch 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, dass man bei der Klassifizierung nach der Fläche den Oberflächestrukturen- oder Oberflächenschaden-Flächenanteil (%) jeder Flächen-Klasse sowie den Gesamt-Oberflächenstrukturen- oder Gesamt-Oberflächenschaden-Flächenanteil (%) aller Flächen-Klassen und bei der Klassifizierung nach der Breite den Oberflächenstrukturen- oder Oberflächenschaden-Flächenanteil (%) jeder Breiten-Klasse sowie den Gesamt-Oberflächenstrukturen-

oder Oberflächenschaden- Flächenanteil (%) aller Breiten-Klassen bestimmt.

Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass man es bei der Modifizierung, Neuentwicklung und/oder Herstellung von Werkstoffen verwendet.